

Buletin Tanaman Tembakau, Serat & Minyak Industri 8(2), Oktober 2016:74–84
ISSN: 2085-6717, e-ISSN: 2406-8853

Kondisi Optimum Reaksi Vulkanisasi Minyak Jarak Kepyar dengan Sulfur dalam Pembentukan Faktis Cokelat Bermutu Tinggi

Optimum Condition of Castor Oil Vulcanization With Sulphur on High Quality Brown Factice Formation

Santi Puspitasari¹, Eva Lilis Nurgilis², dan Zulhan Arif²

¹Pusat Penelitian Karet, Jalan Salak Nomor 1 Bogor 16151 Jawa Barat Indonesia

²Departemen Kimia, FMIPA, IPB, Kampus IPB Darmaga Bogor Jawa Barat

E-mail: puspitasari.santi@puslitkaret.co.id

Diterima: 7 April 2016; direvisi: 23 Juni 2016; disetujui: 14 September 2016

ABSTRAK

Manufaktur produk karet diawali oleh pembuatan kompon karet dengan cara mencampurkan karet dengan bahan kimia. Salah satu bahan kimia utama karet adalah bahan bantu olah yang berfungsi untuk mempermudah pencampuran dan distribusi bahan kimia terutama bahan pengisi dalam matriks karet. Faktis cokelat yang dihasilkan dari vulkanisasi minyak nabati dengan sulfur merupakan bahan bantu olah karet yang banyak digunakan dalam industri hilir karet. Dalam reaksi vulkanisasi terjadi pembentukan ikatan silang antar trigliserida dalam minyak nabati yang dijembatani oleh sulfur. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum pembentukan faktis cokelat pada skala laboratorium berkapasitas 200 ml/*batch* dari minyak jarak kepyar sebagai sumber trigliserida yang direaksikan dengan sulfur (23 dan 24 bsm) pada berbagai suhu (150°C, 160°C, dan 170°C). Penentuan kondisi optimum reaksi didasarkan pada hasil karakterisasi visualisasi fisik dan sifat kimia faktis cokelat yang diperoleh. Hasil percobaan menunjukkan bahwa kondisi optimal reaksi vulkanisasi pembentukan faktis cokelat tercapai pada suhu 150°C dan penambahan sulfur 24 bsm. Pada kondisi reaksi vulkanisasi tersebut diperoleh faktis cokelat yang memiliki spesifikasi mutu terbaik meliputi kadar ekstrak aseton 52,43%, kadar sulfur bebas sebesar 1,20%, kadar abu 0,11%, dan pH sebesar 6,45 dan derajat ikatan silang $3,2 \times 10^{-4}$ mol/ml. Faktis ini berwarna cokelat dan bertekstur kenyal. Mengacu pada sifat tersebut, faktis cokelat yang diperoleh layak dikembangkan pada skala yang lebih tinggi.

Kata kunci: Minyak jarak kepyar, karet alam, faktis cokelat, vulkanisasi

ABSTRACT

Manufacture of rubber goods is began with rubber compounding by mixing the rubber with its chemicals including processing aids. The function of processing aids is to facilitate the compounding process. Brown factice from vulcanization of vegetable oil with sulphur, is the most processing aid being used in downstream rubber industry. During vulcanization, the triglyceride content on vegetable oil form crosslink which is bridged by sulphur. The research was aimed to determine the optimum condition of brown factice formation at laboratory scale (200 ml/batch) from castor oil which was reacted with various sulphur concentration (23 and 24 pho) and temperature of reaction (150°C, 160°C, dan 170°C). The determination of optimum condition was based on brown factice characteristic such physical visualization and chemical properties. The result showed that the optimum reaction condition was gained at temperature reaction of 150°C and sulphur concentration of 24 pho. By those condition, the brown factice had 52.43% extract acetone content, 1.20% free sulphur content, 0.11% ash content and pH 6.45 and crosslink density as 3.2×10^{-4} mol/ml. The brown factice also had good brown color and elastic texture. Based on its properties, the brown factice achieved was feasible to be developed at higher scale.

Keywords: Castor oil, natural rubber, brown factice, vulcanization

PENDAHULUAN

Karet alam yang berasal dari hasil eksploitasi tanaman *Hevea brasiliensis* merupakan polimer alami, yang kebutuhannya untuk industri tidak dapat digantikan oleh karet sintetik (Beilen & Poirier 2007). Polimer karet alam tersusun atas monomer isoprena yang saling berikatan membentuk konfigurasi *cis* 1,4-poliisoprena, yang memiliki keunggulan elastisitas yang baik, namun tidak tahan terhadap oksidasi dan minyak karena dalam rantai molekulnya mengandung ikatan rangkap C=C dan bersifat non polar (Hinchiranan *et al.* 2009; Rijayan & Sukhlaaied 2013) sehingga dalam keadaan mentah karet alam tidak dapat langsung dibentuk menjadi barang jadi karet yang layak digunakan. Oleh karena itu dalam manufaktur barang jadi karet perlu ditambah dengan berbagai bahan kimia aditif misalnya bahan pengisi untuk meningkatkan kekerasan, bahan antioksidasi untuk mencegah kerusakan akibat paparan oksigen dan sinar matahari, kombinasi bahan pencepat-pengaktif-pemvulkanisasi untuk membentuk ikatan silang antar molekul karet sehingga barang jadi karet memiliki kuat tarik yang tinggi, serta bahan bantu olah. Bahan bantu olah berfungsi untuk mempermudah proses pencampuran karet dengan bahan kimia aditif sehingga mempercepat proses dan menurunkan konsumsi energi pencampuran. Bahan bantu olah yang digunakan di industri hilir karet meliputi faktis, *softener*, dan *peptizer* (Ebewe *et al.* 2013).

Faktis merupakan hasil reaksi vulkanisasi pembentukan ikatan silang antara bagian asam lemak tak jenuh (trigliserida) dalam minyak nabati dengan bahan pemvulkanisasi (Ebewe *et al.* 2010). Faktis yang diperdagangkan terdiri atas 2 jenis, yaitu faktis cokelat dan putih. Faktis cokelat merupakan material padat hasil vulkanisasi minyak nabati dengan sulfur pada suhu tinggi (130–150°C) sedangkan faktis putih diperoleh melalui reaksi antara minyak nabati dan sulfur klorida pada suhu rendah (Chandrasekaran 2010) umumnya pada suhu ruang (Elias 2013). Faktis putih di-

gunakan sebagai bahan baku penghapus (Simpson 2002), sedangkan faktis cokelat lebih banyak diproduksi karena selain dapat berfungsi sebagai bahan bantu olah juga sebagai ekstender sehingga memiliki pangsa pasar yang lebih luas. Konsumsi faktis cokelat dalam pembuatan kompon karet cukup besar yaitu 5-30 bsk (berat per seratus karet) sebagai bahan bantu olah dan 5-400 bsk sebagai ekstender (Chanda & Roy 2006). Faktis cokelat juga dapat berfungsi sebagai bahan penstabil dimensi barang jadi karet yang diproses secara penjururan (Puspitasari *et al.* 2012) misalnya untuk manufaktur ban dalam sepeda motor dan selang karet. Berdasarkan kondisi ini, maka diketahui bahwa kebutuhan faktis cokelat akan meningkat seiring pertumbuhan industri karet. Salah satu pabrik ban sepeda motor nasional mengkonsumsi faktis cokelat impor sebesar 14 ton/ bulan. Saat ini produsen faktis cokelat hanya berada di Jepang, Cina, India, Jerman dan Belanda (Puspitasari *et al.* 2011), sedangkan di Indonesia belum terdapat industri pembuatan faktis cokelat. Faktis cokelat impor komersial diperdagangkan pada kisaran harga sekitar USD 3,2/kg. Dengan demikian industri pembuatan faktis cokelat ini dinilai prospektif untuk dikembangkan di Indonesia sehingga dapat mensubstitusi kebutuhan faktis cokelat impor.

Keberhasilan reaksi vulkanisasi pembentukan faktis cokelat sangat bergantung pada kandungan asam lemak tak jenuh dalam minyak nabati, konsentrasi sulfur sebagai bahan pemvulkanisasi atau pembentukan ikatan silang antar molekul trigliserida dalam minyak nabati, waktu serta suhu reaksi. Minyak nabati dengan kandungan asam lemak tak jenuh tinggi dikarakterisasi dengan nilai bilangan iod yang tinggi. Minyak nabati ini umumnya berasal dari minyak pangan (*edible oil*) seperti minyak jagung dan minyak kedelai namun penggunaannya sebagai bahan baku faktis cokelat dikhawatirkan dapat mengganggu pasokan pangan, sehingga perlu dicari alternatif minyak nabati non pangan misalnya minyak jarak kepyar (*castor oil*, *Ricinus com-*

munis L.). Minyak jarak kepyar banyak dikembangkan untuk produksi pelumas, pemanfaatannya sebagai bahan baku faktis cokelat akan memberikan nilai tambah secara ekonomis dan daya guna dari minyak jarak kepyar. Minyak jarak kepyar yang memiliki bilangan iod relatif tinggi merupakan sumber bahan baku utama dalam produksi faktis cokelat komersial. Mekanisme reaksi vulkanisasi pembentukan faktis cokelat dari minyak jarak kepyar dan sulfur disajikan pada Gambar 1.

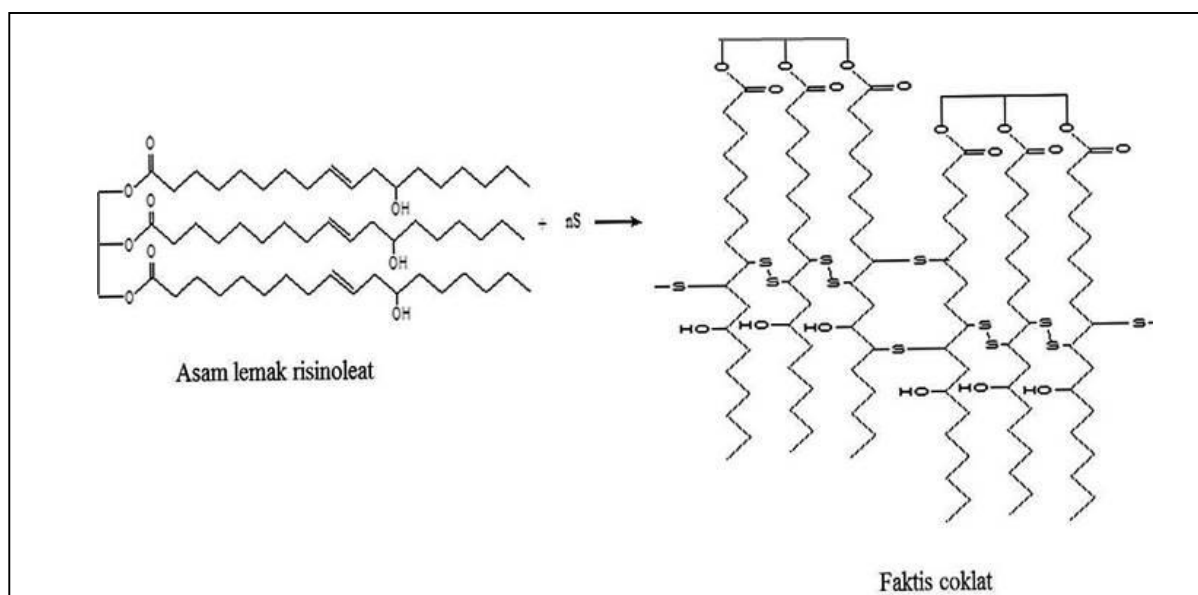
Minyak jarak kepyar sebagian besar mengandung asam lemak tak jenuh risinoleat (Salimon *et al.* 2010). Asam lemak tak jenuh inilah yang akan dikonversi oleh sulfur menjadi faktis cokelat melalui mekanisme reaksi vulkanisasi pada suhu tinggi secara adisi pemutusan ikatan rangkap C=C dalam rantai molekul asam lemak risinoleat menjadi ikatan silang antar molekul trigliserida yang dijumpai oleh ikatan monosulfida maupun disulfida. Menurut Bintarawati (2007) dan Muslich (2012), sulfur yang ditambahkan akan mengikat rantai karbon tak jenuh secara intramolekuler dan intermolekuler pada saat minyak nabati tervulkanisasi pada suhu tinggi. Rantai molekul trigliserida yang saling berikatan silang dalam faktis cokelat membentuk susunan yang

menyerupai dinding batu bata. Susunan ini menyebabkan faktis cokelat bertekstur kenyal dan elastis, mirip seperti karet sehingga faktis cokelat juga dikenal sebagai bahan pengganti karet (*rubber substitute*) (Chandra-sekaran 2010).

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum reaksi vulkanisasi minyak jarak kepyar pada berbagai suhu dan konsentrasi sulfur dalam menghasilkan faktis cokelat berkualitas tinggi. Penentuan kondisi optimum reaksi vulkanisasi didasarkan pada hasil karakterisasi visualisasi fisik dan sifat kimia faktis cokelat yang diperoleh.

BAHAN DAN METODE

Minyak nabati yang digunakan untuk pembuatan faktis cokelat dalam penelitian ini adalah minyak jarak kepyar yang diperoleh dari PT Kimia Farma, Semarang. Pereaksi lain yang digunakan terdiri atas seng oksida (ZnO) dan sulfur pada spesifikasi teknis didapatkan dari CV Indrasari, Bogor. Bahan pembantu yang digunakan meliputi pereaksi untuk pengujian sifat minyak jarak kepyar dan faktis cokelat (*pro analysis* (pa)) diperoleh dari Merck, Jerman.



Gambar 1. Mekanisme reaksi vulkanisasi pembentukan faktis cokelat

Peralatan yang digunakan untuk reaksi vulkanisasi minyak jarak kepyar terdiri atas reaktor kaca berbentuk tabung berkapasitas 2 liter dilengkapi dengan termometer dan peng-aduk mekanis dengan *impeller* tipe *blade*. Pemanasan dibangkitkan dari *jacket heater* dengan *silicon oil* sebagai media pemanas. Reaksi dijalankan dengan sistem *batch* pada skala laboratorium berkapasitas 200 ml minyak jarak kepyar/*batch*. Suhu reaksi divariasikan pada 150°C, 160°C, dan 170°C dengan konsentrasi sulfur ditetapkan sebesar 23 dan 24 berat seratus minyak (bsm) dan penambahan ZnO sebesar 0,1 bsm. Sebelum direaksikan menjadi faktis cokelat, minyak jarak kepyar dianalisis bilangan iod dan bilangan asam sesuai prosedur yang dijelaskan dalam SNI 01-3555-1998.

Tahapan reaksi vulkanisasi pembentukan faktis cokelat diawali dengan pemanasan minyak jarak kepyar yang telah dituangkan ke dalam reaktor hingga tercapai suhu reaksi yang dikehendaki. Ketika mencapai suhu reaksi yang ditetapkan, secara berurutan ke dalam minyak jarak kepyar ditambah dengan ZnO dan sulfur. Perubahan suhu reaksi dan warna campuran reaktan diamati dan dicatat setiap interval 2 menit. Saat tercapai suhu eksotermis tertinggi, pemanas dihentikan sehingga sumber energi panas berasal dari panas reaksi. Selanjutnya suhu reaksi dibiarkan turun secara perlahan. Waktu akhir reaksi ditandai saat suhu reaksi kembali pada titik awal reaksi. Faktis cokelat yang diperoleh pada akhir reaksi berwujud pasta dan akan memadat seiring pendinginannya hingga suhu ruang. Faktis cokelat yang telah padat dan dingin dikeluarkan dari dalam reaktor. Faktis cokelat digerus dengan mortar porselin sehingga menjadi berbentuk serbuk halus. Serbuk faktis cokelat dianalisis warna serta dikarakterisasi sifat kimianya meliputi kadar ekstrak aseton (ASTM D 297-93), kadar sulfur bebas (ASTM D 297-93), kadar abu (ASTM 1278-76), pH serta derajat ikatan silang. Pembentukan faktis cokelat turut dikonfirmasi secara analisis kualitatif menggunakan spektrofotometer Fourier Transform

Infra Red (FTIR) Thermoscientific merek Nicolet i5.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Minyak nabati dapat dikonversi menjadi faktis cokelat bermutu baik apabila memiliki bilangan iod tinggi dan digolongkan dalam minyak mengering atau semi mengering (Chanda & Roy 2006). Hasil karakterisasi minyak jarak kepyar menunjukkan nilai bilangan iod sebesar 86,45 g iod/100 g minyak dan bilangan asam sebesar 1,64 mg KOH/g minyak. Berdasarkan hasil karakterisasi tersebut diketahui bahwa minyak jarak kepyar layak digunakan dalam penelitian karena memenuhi persyaratan minyak nabati sebagai bahan baku faktis cokelat. Secara teoritis, minyak jarak kepyar memiliki tingkat bilangan iod pada kisaran 82–90 g iod/100 g minyak dan bilangan asam sebesar 2–3 mg KOH/g minyak (Ogunfeyitimi *et al.* 2012). Karakteristik minyak jarak kepyar sangat bergantung pada lokasi geografis dan teknik pemeliharaan tanaman selama penanaman (Omari *et al.* 2015). Hasil pengamatan kondisi reaksi vulkanisasi dan pengujian visualisasi fisik faktis cokelat dirangkum pada Tabel 1. Pengamatan yang dilakukan selama reaksi vulkanisasi mengindikasikan bahwa berlangsungnya reaksi vulkanisasi disertai dengan perubahan suhu reaksi, warna dan wujud pereaksi serta timbulnya gas. Saat mulai terjadi reaksi vulkanisasi minyak jarak kepyar, campuran minyak jarak kepyar dan pereaksi lain yang pada awalnya berwarna kuning jernih dan berwujud encer berubah menjadi cokelat kental dan pada akhir reaksi menjadi pasta berwarna cokelat gelap seiring dengan naiknya suhu reaksi. Perubahan wujud dari encer menjadi kental mencirikan terbentuknya gel faktis cokelat atau ikatan silang antara trigliserida yang dijembatani oleh sulfur. Jika gel faktis cokelat yang terjadi semakin banyak maka wujud campuran akan semakin kental bahkan menyerupai pasta serta mengalami pemuatan hingga volumenya dapat

Tabel 1. Karakteristik reaksi vulkanisasi pembentukan faktis cokelat

Suhu reaksi (°C)	Dosis sulfur (bsm)	Waktu, (menit)			Suhu eksotermis tertinggi, (°C)	Visualisasi fisik		Rendemen (%)
		Reaksi	Terbentuk gel faktis	Eksotermis tertinggi		Warna	Tekstur	
150	23	16	10	14	192	cokelat	kenyal	86,59
	24	16	10	14	196	cokelat	kenyal	90,44
160	23	22	10	20	204	cokelat gelap	kenyal	86,02
	24	20	10	18	206	cokelat gelap	kenyal	88,86
170	23	20	10	18	206	cokelat gelap	kenyal	90,04
	24	18	10	16	208	cokelat gelap	kenyal	94,34

mencapai 5 kali lebih besar dari volume awal. Pemuaian volume berangsur-angsur berkurang setelah suhu reaksi melewati suhu eksotermis tertinggi atau titik optimal pembentukan ikatan silang antar trigliserida. Pasta faktis cokelat panas lalu didinginkan hingga suhu ruang sehingga menjadi padat (Gambar 2).

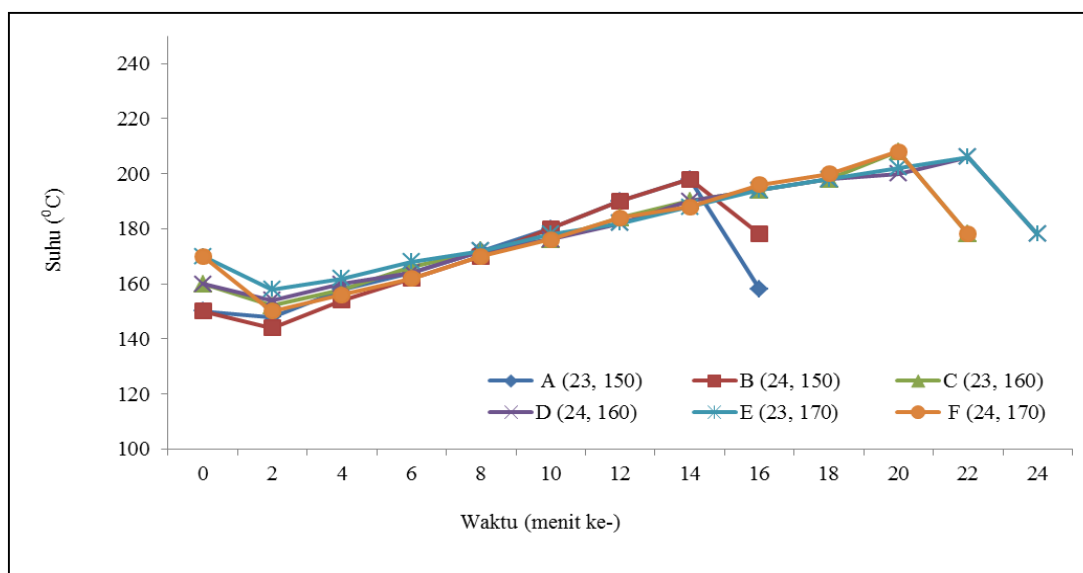


Gambar 2. Gel faktis cokelat

Berjalannya reaksi vulkanisasi turut ditandai dengan perubahan suhu reaksi (Gambar 3). Saat penambahan ZnO dan sulfur menyebabkan suhu reaksi turun 1–2°C di bawah suhu reaksi yang ditetapkan. Suhu kembali naik akibat terbentuknya gel faktis cokelat karena reaksi bersifat eksotermis. Hasil pengamatan memperlihatkan bahwa ketika tercapai suhu eksotermis tertinggi juga diikuti dengan timbulnya gas H_2S dalam jumlah yang besar sebagai hasil samping karena adanya pergantian atom hidrogen oleh sulfur dari dua atom karbon pusat pada suatu trigliserida dalam keadaan panas atau suhu tinggi. Hidrogen tersebut selanjutnya bereaksi dengan sulfur membentuk hidrogen sulfida (Cotton 1962).

Berdasarkan Tabel 1 diketahui bahwa untuk suhu reaksi yang sama pada konsentrasi sulfur 24 bsm menghasilkan reaksi pembentukan faktis cokelat yang lebih cepat. Sesuai dengan teori Arrhenius, konsentrasi reaktan dan suhu yang tinggi akan meningkatkan kecepatan laju reaksi. Dalam reaksi vulkanisasi, ZnO berperan sebagai bahan pengaktif yang mendorong kerja sulfur semakin optimal sehingga reaksi berlangsung lebih cepat. Namun untuk konsentrasi sulfur yang sama, suhu reaksi pada 150°C menghasilkan waktu reaksi tercepat sehingga dianggap sebagai suhu teroptimal. Suhu reaksi pembentukan faktis cokelat bersifat spesifik terhadap jenis minyak nabati. Minyak nabati dengan bilangan iod atau kandungan asam lemak tak jenuh tinggi mempersyaratkan suhu reaksi yang lebih tinggi. Pada suhu 150°C juga memberikan selisih peningkatan suhu eksotermis yang tinggi mencapai 46°C pada konsentrasi sulfur 24 bsm.

Pengujian visualisasi fisik meliputi warna dan tekstur faktis cokelat. Hasil uji menunjukkan bahwa warna faktis cokelat yang dihasilkan bervariasi dari cokelat hingga cokelat gelap dan bertekstur kenyal. Warna faktis cokelat ditentukan oleh 3 faktor, yaitu kandungan asam lemak tak jenuh dalam minyak nabati, konsentrasi sulfur, dan suhu reaksi. Sintesis faktis cokelat pada penelitian ini menggunakan formula dengan kandungan asam lemak tak jenuh dalam minyak jarak kepyar yang ditetapkan konstan namun dengan konsentrasi penambahan sulfur dan suhu reaksi yang ber-



Keterangan: A (23, 150) (konsentrasi sulfur sebesar 23 bsm dan suhu reaksi pada 150°C), B (24, 150) (konsentrasi sulfur sebesar 24 bsm dan suhu reaksi pada 150°C), C (23, 160) (konsentrasi sulfur sebesar 23 bsm dan suhu reaksi pada 160°C), D (24, 160) (konsentrasi sulfur sebesar 24 bsm dan suhu reaksi pada 160°C), E (23, 170) (konsentrasi sulfur sebesar 23 bsm dan suhu reaksi pada 170°C), F (24, 170) (konsentrasi sulfur sebesar 24 bsm dan suhu reaksi pada 170°C)

Gambar 3. Perubahan suhu selama reaksi vulkanisasi minyak jarak kepyar

beda. Semakin tinggi suhu reaksi maka akan semakin gelap warna faktis cokelat yang dihasilkan (Gambar 4). Rendemen reaksi turut diperhitungkan sebagai salah satu parameter dalam menilai mutu faktis cokelat. Rendemen tertinggi sebesar 94,34% yang diperoleh dari hasil reaksi pada suhu 170°C dan konsentrasi sulfur 24 bsm.



Gambar 4. Warna faktis: cokelat dan cokelat gelap

Faktis cokelat yang bertekstur kenyal, elastis, tidak keras dan tidak lengket cenderung memiliki rendemen yang tinggi. Hal ini disebabkan karena pada faktis cokelat yang tidak lengket akan mudah dikeluarkan dari dalam reaktor dan dihaluskan dengan mortar. Se-

makin sedikit faktis cokelat yang tertinggal pada dinding bagian dalam reaktor semakin besar rendemen yang diperoleh. Menurut Erhan & Kleiman (1993), faktis cokelat bermutu baik jika berwarna cokelat, bertekstur kenyal, elastis, tidak keras, dan tidak lengket.

Hasil pengujian sifat kimia faktis cokelat disajikan pada Tabel 2. Parameter pengujian sifat kimia faktis cokelat meliputi kadar ekstrak aseton, kadar sulfur bebas, kadar abu, dan pH. Pengujian derajat ikatan silang diperlukan untuk mendukung hasil analisis sifat kimia faktis cokelat, karena sifat kimia faktis cokelat sangat dipengaruhi oleh besarnya derajat ikatan silang antar trigliserida yang dijematani oleh sulfur dalam struktur rantai molekul faktis cokelat.

Parameter utama penentu mutu faktis secara kimiawi adalah kadar ekstrak aseton. Prinsip uji kadar ekstrak aseton adalah mengukur tingkat kelarutan bahan dalam aseton. Kadar ekstrak aseton mengindikasikan banyaknya bagian minyak jarak kepyar yang tidak ter Vulkanisasi pada saat proses pembentukan faktis cokelat yaitu sisa asam lemak tak jenuh (utamanya asam lemak risinoleat), asam lemak

Tabel 2. Sifat kimia dan derajat ikatan silang faktis cokelat

Suhu reaksi (°C)	Dosis belerang (bsm)	Sifat kimia				Derajat ikatan silang 10 ⁻⁴ (mol/mL)
		Kadar ekstrak aseton (%)	Kadar sulfur bebas (%)	Kadar abu (%)	pH	
150	23	31,78	0,91	0,15	6,85	1,2641
	24	52,43	1,20	0,11	6,45	3,2013
160	23	57,10	0,86	0,09	6,29	1,7734
	24	54,99	0,95	0,09	6,19	1,0888
170	23	56,91	1,00	0,15	6,14	1,4031
	24	49,12	0,99	0,09	6,11	2,3027

jenuh serta komponen garam anorganik lain penyusun minyak jarak kepyar tersebut. Faktis cokelat termasuk bagian tak larut dalam aseton karena memiliki tingkat kepolaran yang berbeda. Aseton merupakan salah satu pelarut organik non polar. Keberadaan ikatan O-H dan C-S dalam struktur rantai molekul faktis cokelat memberikan sifat sedikit polar bagi faktis cokelat tersebut. Bagian minyak jarak kepyar yang tervulkanisasi atau membentuk faktis cokelat akan semakin banyak jika kadar ekstrak aseton semakin rendah sehingga faktis cokelat bersifat non termoplastik. Faktis cokelat dengan sifat non termoplastik yang tinggi memiliki kemantapan ukuran dan bentuk yang relatif tinggi selama penjurulan dan vulkanisasi (Franta 2012). Kadar ekstrak aseton faktis cokelat hasil sintesis berada pada kisaran 32–57%. Menurut penggolongan mutu faktis cokelat yang ditetapkan oleh Erhan dan Kleiman (1993), faktis cokelat tersebut dapat termasuk dalam mutu II (20% < kadar ekstrak aseton <35%) dan mutu III (kadar ekstrak aseton >35%).

Parameter berikutnya sebagai penentu mutu faktis cokelat adalah kadar sulfur bebas. Faktis cokelat bermutu baik jika memiliki kadar sulfur bebas maksimal 2%. Kadar sulfur bebas yang tinggi menandakan bahwa banyak sulfur yang tidak bereaksi dengan trigliserida membentuk jaringan ikatan silang. Sisa sulfur yang tidak bereaksi juga dapat mempengaruhi tekstur faktis cokelat sehingga faktis cokelat menjadi keras. Selain itu juga dapat menimbulkan kerugian ketika faktis cokelat ditambahkan dalam kompon karet karena dapat mempercepat waktu pra vulkanisasi serta memicu timbulnya sulfur yang bermigrasi ke

permukaan barang jadi karet (*sulphur blooming*) sehingga terdapat bercak pada permukaan barang jadi karet. Kadar sulfur bebas faktis cokelat berkisar antara 0,86–1,20%, berarti bahwa konsentrasi sulfur yang ditetapkan untuk reaksi vulkanisasi baik sebesar 23 bsm maupun 24 bsm tidak menyebabkan terjadinya *excess* sulfur.

Kadar abu menunjukkan kandungan bahan yang terabukan dalam faktis cokelat. Bahan ini umumnya adalah mineral anorganik yang terdapat dalam minyak jarak kepyar sebagai bahan baku. Kadar abu yang diizinkan dalam faktis cokelat sebesar maksimal 5%. Hal yang dapat memengaruhi tingginya kadar abu yakni banyaknya kandungan garam anorganik dalam minyak jarak kepyar. Penggunaan faktis cokelat dengan kadar abu tinggi dapat memengaruhi ketahanan retak lentur dari vulkanisasi karet. Faktis cokelat yang dihasilkan memiliki kadar abu (0,09–0,15%) lebih rendah dibandingkan dengan standar mutu faktis komersial disebabkan karena minyak jarak kepyar yang digunakan telah dimurnikan.

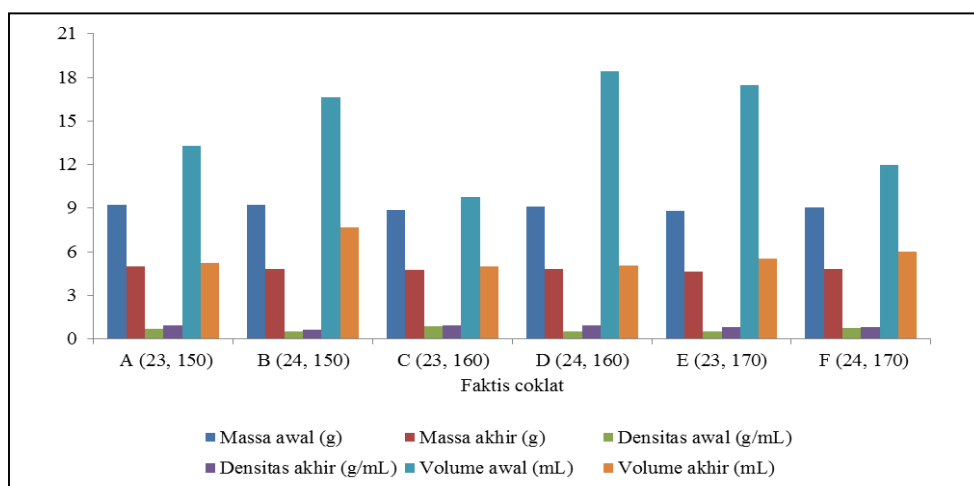
Derajat keasaman (pH) faktis cokelat dipengaruhi oleh keasaman minyak jarak kepyar. Faktis yang bermutu baik adalah faktis yang memiliki pH netral. Hasil pengujian menunjukkan bahwa faktis cokelat bersifat asam lemah mendekati netral dengan rentang pH 6,11–6,85. Faktis cokelat yang bersifat asam akan berpengaruh terhadap karakteristik pemasakan kompon karet pada saat faktis cokelat tersebut diaplikasikan sebagai bahan bantu olah kompon karet. Sifat asam lemah pada faktis cokelat dapat ditimbulkan karena terdapatnya gas H₂S yang masih terjebak

dalam pori-pori faktis coklat (Puspitasari & Cifriadi 2013). Secara fisik, faktis coklat memiliki tekstur berpori mirip *sponge*. Gas H_2S yang tidak teruapkan dapat akan memasuki pori-pori dalam faktis coklat tersebut.

Derajat ikatan silang faktis coklat menggambarkan jumlah ikatan silang antar trigliserida yang dibentuk oleh sulfur saat reaksi vulkanisasi pembentukan faktis coklat (Gambar 5). Semakin optimal reaksi vulkanisasi maka semakin tinggi derajat ikatan silang yang terbentuk sehingga dihasilkan faktis coklat bermutu tinggi. Nilai derajat ikatan silang faktis coklat tertinggi diperoleh pada reaksi vulkanisasi yang dikondisikan pada $150^\circ C$ dengan penambahan 24 bsm sulfur sebesar $3,2 \times 10^{-4}$ mol/ml. Pencucian faktis coklat menggunakan CS_2 pada tahap awal pengujian derajat ikatan silang menyebabkan terjadinya penurunan massa dan volume tetapi meningkatkan berat jenis faktis coklat. Penurunan massa terjadi karena sisa sulfur yang tidak bereaksi dengan trigliserida akan terlarut dalam CS_2 (Nag & Halder 2006). Perubahan sifat fisik faktis coklat juga terjadi saat perendaman dalam *p*-silena. Pada saat direndam dalam *p*-xilena, faktis coklat akan mengalami pengembangan (*swelling*). Faktis coklat merupakan hasil poli-

merisasi yang terbentuk melalui tahap pembentukan gel (*gelling stage*). Polimer gel mampu menyerap pelarut dalam jumlah besar dan mengalami pengembangan tetapi tidak sampai larut sempurna. Pengembangan faktis coklat terjadi karena tercapainya kesetimbangan potensial kimia faktis coklat dengan *p*-silena. Pengembangan hanya dialami oleh polimer yang struktur molekulnya membentuk ikatan silang tiga dimensi seperti faktis coklat. Sifat *swelling* berkaitan erat dengan derajat ikatan silang. *Swelling* mengakibatkan ikatan silang dalam struktur rantai molekul faktis coklat saling menjauh (Puspitasari & Cifriadi 2013).

Secara kualitatif, pembentukan faktis coklat dari vulkanisasi minyak jarak kepyar dikonfirmasi melalui analisis spektroskopi FTIR. Spektra FTIR minyak jarak kepyar dan faktis coklat disajikan pada Gambar 6 dengan interpretasi data secara lengkap dirangkum dalam Tabel 3. Pada Spektra FTIR minyak jarak kepyar, terlihat pita serapan pada bilangan gelombang 3392 cm^{-1} , 3007 cm^{-1} , 1739 cm^{-1} , dan 857 cm^{-1} yang merupakan puncak serapan gugus O-H, =CH, C=O, dan HC=C=R. Keempat ikatan ini merupakan ciri khas keberadaan asam lemak tak jenuh risinoleat dalam minyak jarak kepyar (Yusuf *et al.* 2012; Ibrahim *et al.*



Keterangan: A (23, 150) (konsentrasi sulfur sebesar 23 bsm dan suhu reaksi pada $150^\circ C$), B (24, 150) (konsentrasi sulfur sebesar 24 bsm dan suhu reaksi pada $150^\circ C$), C (23, 160) (konsentrasi sulfur sebesar 23 bsm dan suhu reaksi pada $160^\circ C$), D (24, 160) (konsentrasi sulfur sebesar 24 bsm dan suhu reaksi pada $160^\circ C$), E (23, 170): konsentrasi sulfur sebesar 23 bsm dan suhu reaksi pada $170^\circ C$, F (24, 170) (konsentrasi sulfur sebesar 24 bsm dan suhu reaksi pada $170^\circ C$).

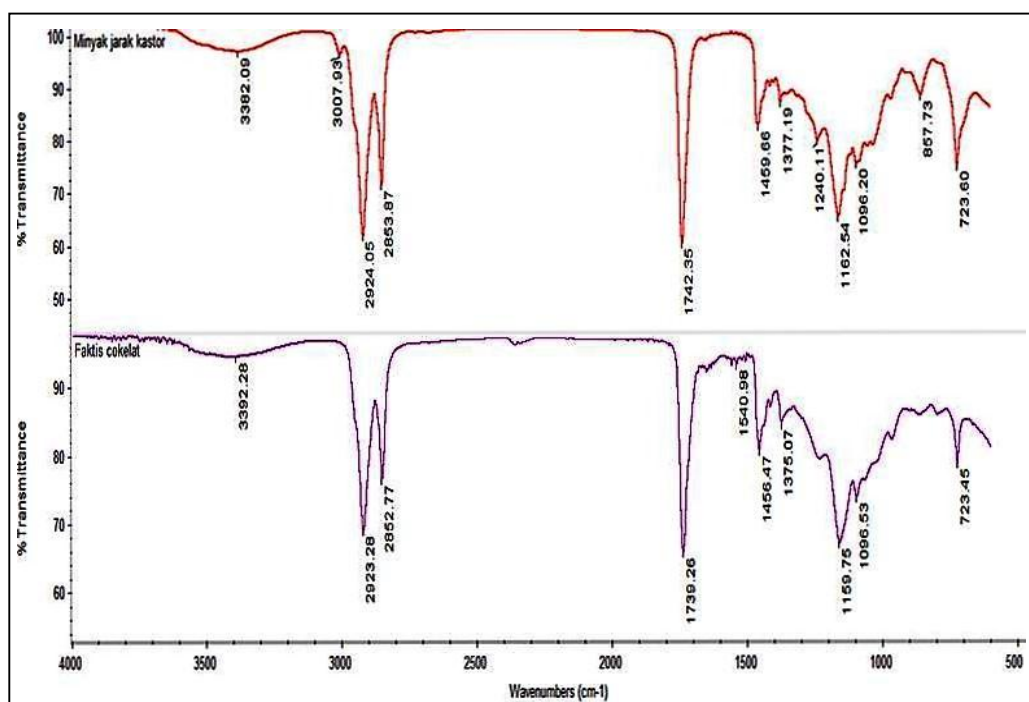
Gambar 5. Perubahan sifat faktis coklat saat pengujian derajat ikatan silang

2015). Spektra FTIR faktis coklat menunjukkan pola yang identik dengan minyak jarak kepyar, namun telah terjadi eliminasi pita serapan pada bilangan gelombang 3007 cm^{-1} dan 857 cm^{-1} karena ikatan C=C telah teradisi oleh atom sulfur. Pada spektra FTIR faktis coklat tidak terlihat keberadaan pita serapan dari gugus sulfida (C–S–C) atau disulfida (C–S–S–C) yang terdapat dalam jaringan ikatan silang molekul faktis coklat diperkirakan karena faktis coklat yang terbentuk hanya memiliki sedikit derajat ikatan silang sehingga intensitasnya sangat rendah. Ikatan C=O dan O–H adalah ikatan yang terdapat dalam struktur molekul asam lemak risinoleat sehingga gugus ini tidak berubah meskipun minyak jarak kepyar telah dikonversi menjadi faktis coklat karena kedua ikatan tersebut tidak bereaksi dengan atom sulfur. Minyak jarak kepyar mengandung sekitar 87% asam lemak risinoleat (Akpan *et al.* 2006). Konsentrasi asam risinoleat yang besar memberikan efek intensitas serapan yang tajam pada

spektra FTIR minyak jarak kepyar maupun faktis coklat seperti diutarakan dalam Hukum Lambert-Beer yaitu banyaknya sinar yang diserap berbanding lurus dengan kadar zat (Siregar *et al.* 2010).

Tabel 3. Interpretasi data spektroskopi FTIR minyak jarak kepyar dan faktis coklat

Bilangan gelombang		Gugus fungsi dan vibrasi
Minyak jarak kepyar	Faktis coklat	
3382,09	3392,28	-OH, vibrasi ulur
3007,93		=CH, vibrasi ulur
2924,05	2923,28	Metilen asimetrik -CH ₂ , vibrasi ulur
2853,87		Metilen simetrik -CH ₂ , vibrasi ulur
1742,35	1739,26	C=O, vibrasi ulur
1459,66	1456,47	Metilen simetrik -CH ₂ , vibrasi tekuk
1377,19	1375,07	Metil simetrik -CH ₃ , vibrasi tekuk
1162,54	1159,75	C-O-C, vibrasi ulur
1096,20	1096,53	H-C-O, vibrasi ulur
857,73		CH=C=R, out of plane deformation
723,80	723,45	CH=CH, out of plane deformation



Gambar 6. Spektra FTIR faktis coklat (biru) dan minyak jarak kepyar (merah)

KESIMPULAN

Kondisi optimal reaksi vulkanisasi pembentukan faktis cokelat dari minyak jarak kepyar pada skala laboratorium berkapasitas 200 ml/*batch* tercapai pada suhu reaksi sebesar 150°C dengan penambahan sulfur pada konsentrasi sebesar 24 bsm. Pada kondisi reaksi tersebut diperoleh faktis cokelat yang memiliki spesifikasi mutu terbaik karena berwarna cokelat dan bertekstur kenyal, kadar ekstrak aseton sebesar 52,43%, kadar sulfur bebas sebesar 1,20%, kadar abu 0,11%, dan pH sebesar 6,45 serta derajat ikatan silang tinggi sebesar $3,2 \times 10^{-4}$ mol/ml. Mengacu pada sifat-sifat tersebut, faktis cokelat yang diperoleh tergolong dalam faktis cokelat komersial mutu 3 dan dianggap layak untuk dikembangkan pada skala percobaan yang lebih besar.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih dan penghargaan tinggi diberikan kepada Pusat Penelitian Karet atas dukungan dana penelitian melalui program *In House Research* sehingga penelitian ini dapat berlangsung dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Akpan, UG, Jimoh, A & Mohammed, AD 2006, Extraction, Characterization and Modification of castor seed oil, *Leonardo Journal of Science*, 8:43–52.
- Chanda, M, & Roy, SK 2006, *Plastics fabrication and recycling*, CRC Press, Boca Raton, 195 p.
- Chandrasekaran, VC 2010, *Rubber as construction material for corrosion protection: A comprehensive*, Wiley, Canada, 24 p.
- Cotton, FH 1962, *Symposium factice as an aid to productivity in the rubber industry*, Reid Stationary, Manchester, 142 p.
- Ebewele, RO, Iyayi, FA & Hymore, FK 2010, Synthesis and characterization of vulcanized vegetable oil from rubber seed oil, *Agriculture and Biologi Science*, 6(4):552–556.
- Ebewele, RO, Iyayi, AF, Hymore, FK, Ohikhen, SO, Akpaka, PO & Ukpeoyibo, U 2013, Polymer processing aid from rubber seed oil, a renewable resource: Preparation and characterization, *African Journal of Agricultural Research*, 8(18):1925–1928.
- Elias, GH 2013, *Macromolecules 2: synthesis, materials, and technology*. Springer, New York, 912–913 p.
- Erhan, SM & Kleiman, R 1993, Factice from oil mixtures, *American Oil Chemists' Society*, 70(3):309–311.
- Franta, I 2012, *Elastomer and rubber compounding materials manufacture, properties and application*, Elsevier, Amsterdam, 486 p.
- Hinchiranan, N, Lertweerasirikun, W, Poonsawad, W, Rempel, GL & Prasassarakich, P 2009, *Cure characteristics and mechanical properties of hydrogenated natural rubber/natural rubber blends*, *Journal of Applied Polymer Science*, 111:2813–2821.
- Ibrahim, S, Ahmad, A & Mohamed, NS 2015, *Characterization of novel castor oil-based polyurethane polymer electrolytes*, 7:747–759, Doi: 10.3390/polym7040747.
- Muslich, 2012, *Rekayasa pembuatan faktis gelap dari minyak jarak (castor oil)*, Disertasi S3, Institut Pertanian Bogor.
- Bintarawati, D 2007, *Pembuatan faktis gelap dari campuran minyak jarak dengan minyak jagung untuk bahan bantu olah karet*, Skripsi S1, Institut Pertanian Bogor.
- Nag, A & Haldar, SK 2006, Studies on a newer process of purification of a vegetable oil and its utilization as factice, *Raw Materials and Application*, 59(6):322–327.
- Ogunfeyitimi, OS, Okewale, AO, & Igbokwe, PK 2012, *The use of castor oil as reactive monomer in synthesis of flexible polyurethane foam*, *International Journal of Multi-disciplinary Science and Engineering*, 3(10): 10–14.
- Omari, A, Mgani, QA, Mubofu, EB 2015, Fatty acid profile and physico-chemical parameters of castor oils in Tanzania, *Green and Sustainable Chemistry* 5:154–163.
- Puspitasari, S, Handayani, H & Faturrohman, MI 2011, *Study of vulcanized jatropha curcas oil*

- synthesize and reactor performance on semi pilot scale*. Proceedings of the 2nd International Seminar on Chemistry, Universitas Padjajaran, Jatinangor, Bandung, hlm. 386–389.
- Puspitasari, S, Musclih, & Syamsu, Y, 2012, Kinerja faktis cokelat dari minyak jarak kepyar dalam produksi selang gas LPG, *Jurnal Penelitian Karet*, 30(1):46–53.
- Puspitasari, S & Cifriadi, A 2013, *Karakterisasi proses vulkanisasi minyak jarak castor dan evaluasi mutu hasil faktis cokelat*, *Buletin Ristri* 3(1):99–108.
- Rijayan, S & Sukhlaaied, W 2013, Effect of chitosan content on gel content of epoxized natural rubber grafted with chitosan in latex form. *Mater. Sci. Eng.*, 33:1041–1047.
- Salimon, J, Noor, DAM, Nazrizawati, AT, Firdaus, MYM, & Noraishah, A 2010, Fatty acid composition and physicochemical properties of malaysian castor bean *Ricinus communis* L. seed oil, *Sains Malaysiana* 39(5):761–764.
- Simpson, RB 2002, *Rubber Basics*, Rapra Technology, United Kingdom, 19 p.
- Siregar, TH, Priyanto, N, & Dwiitno (2010), Efektivitas KMK dan Na_2EDTA dalam mengabsorpsi paparan merkuri pada ikan lele (*Clarias batrachus*), *Jurnal Pascapanen dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan*, 5(2): 135–140.
- Beilen, JBvan & Poirier, Y 2007, Establishment of new crops for the production of natural rubber, *Trends in Biotechnology* 25(11):522–529.
- Whelan, A 2012, *Polymer Technology Dictionary*, Springer Science Business Media, BV, United Kingdom, 145 p.
- Yusuf, AK, Mamza, PAP, Ahmed, AS & Agunwa, U (2012), Extraction and characterization of castor seed oil from wild *Ricinus communis* Linn., *International Journal of Science, Environmental and Technology*, 4(5):1392–1404.